

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.3—2017

代替GBZ/T 160.2—2004

工作场所空气有毒物质测定 第3部分：钡及其化合物

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 3: Barium and its compounds

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第3部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.2—2004《工作场所空气有毒物质测定 钡及其化合物》。

本部分与GBZ/T 160.2—2004相比，主要修改如下：

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——钡及其化合物的电感耦合等离子体发射光谱法

主要起草单位：广东省深圳市疾病预防控制中心。

主要起草人：刘桂华、陈卫。

——钡及其化合物的二溴对甲基偶氮甲磺分光光度法

主要起草单位：山东省劳动卫生与职业病防治研究院。

主要起草人：王晓云、张梦萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GBZ/T 160.2—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第3部分：钡及其化合物

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中钡及其化合物的电感耦合等离子体发射光谱法和二溴对甲基偶氮甲磺分光光度法。

本部分适用于工作场所空气中气溶胶态钡及其化合物浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

3 钡及其化合物的基本信息

钡及其化合物的基本信息见表1。

表1 钡及其化合物的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	元素符号/ 分子式	相对原子质量/ 相对分子质量
钡 (Barium)	7440-39-3	Ba	137.33
硫酸钡 (Barium sulfate)	7727-43-7	BaSO ₄	233.39

4 钡及其化合物的电感耦合等离子体发射光谱法

4.1 原理

空气中气溶胶态钡及其化合物用微孔滤膜采集，可溶性化合物经水洗脱，难溶性化合物经王水消解后，用电感耦合等离子体发射光谱仪，在455.4 nm波长下测量发射光强度，进行定量。

4.2 仪器

4.2.1 微孔滤膜，孔径 0.8 μm。

4.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm。

4.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm。

- 4.2.4 空气采样器, 流量范围 0 L/min~2 L/min 和 0 L/min~10 L/min。
- 4.2.5 具塞刻度试管, 25 mL。
- 4.2.6 烧杯, 50 mL。
- 4.2.7 控温电热器。
- 4.2.8 超声波清洗器。
- 4.2.9 针头式过滤器, 水相, 孔径 0.45 μm 。
- 4.2.10 容量瓶, 25 mL、100 mL。
- 4.2.11 电感耦合等离子体发射光谱仪, 发射波长 455.4 nm, 仪器操作参考条件:
 - a) 入射功率: 1150 W;
 - b) 载气(氩)流量: 0.49 L/min;
 - c) 等离子体气(氩)流量: 1 L/min;
 - d) 冷却气(氩)流量: 14 L/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为去离子水, 用酸为优级纯。
- 4.3.2 王水: 临用前, 1 体积硝酸 ($\rho_{20}=1.42 \text{ g/mL}$) 与 3 体积盐酸 ($\rho_{20}=1.18 \text{ g/mL}$) 混合。
- 4.3.3 稀王水: 用水稀释 5mL 王水至 100 mL。
- 4.3.4 标准溶液: 用水稀释国家认可的钡标准溶液成 100.0 $\mu\text{g/mL}$ 钡标准应用液。

4.4 样品的采集、运输和保存

- 4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 4.4.2 短时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的大采样夹, 以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样: 在采样点, 用装好微孔滤膜的小采样夹, 以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 4.4.4 采样后, 打开采样夹, 取出微孔滤膜, 接尘面朝里对折两次, 放入具塞刻度试管(可溶性化合物)或清洁的塑料袋或纸袋(难溶性化合物)中, 置清洁容器内运输和保存。样品在室温下可长期保存。
- 4.4.5 样品空白: 在采样点, 打开装好微孔滤膜的采样夹, 立即取出滤膜, 放入具塞刻度试管或清洁的塑料袋或纸袋中, 然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.5 分析步骤

4.5.1 样品处理

- 4.5.1.1 可溶性钡化合物: 向装有微孔滤膜的具塞刻度试管中加入 10 mL 水, 于超声波清洗器上超声洗脱 5 min; 加入 1 mL 硝酸, 用水定容至 25.0 mL。样品溶液供测定。若样品溶液浑浊, 用针头式过滤器过滤后供测定。
- 4.5.1.2 硫酸钡等难溶性钡化物: 将采过样的微孔滤膜放入 50 mL 烧杯中, 加入 5 mL 王水, 盖上表面皿, 置控温电热器上 120 $^{\circ}\text{C}$ 消解至约 0.5 mL; 再加入 5 mL 王水, 重复操作, 至溶液澄清。用水冲洗表面皿并移去, 升温至 150 $^{\circ}\text{C}$, 加热至约 0.5 mL。用稀王水定量转移至 25 mL 具塞刻度试管中, 并定容。样品溶液供测定。若样品溶液浑浊, 用针头式过滤器过滤后, 供测定。

4.5.2 标准曲线的制备

取 4 支~7 支 100 mL 容量瓶, 分别加入 0.0 mL~10.0 mL 钡标准应用液, 各加入 4 mL 硝酸, 用水定容, 配成 0.0 $\mu\text{g/mL}$ ~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围的钡标准系列。参照仪器操作条件, 将电感耦合等离子体

发射光谱仪调节至最佳测定状态，在 455.4 nm 发射波长下，分别测定标准系列各浓度的发射光强度。以测得的发射光强度对相应的钡浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。

4.5.3 样品测定

用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的发射光强度值由标准曲线或回归方程得样品溶液中钡的浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。测定可溶性钡化合物时，若样品溶液中钡浓度超过测定范围，可用水稀释后测定；测定难溶性钡化物时，若样品溶液中钡浓度超过测定范围，可用稀王水稀释后测定；计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式（1）计算空气中钡的浓度：

$$C = \frac{25C_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——空气中钡的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；

25——样品溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

C_0 ——测得的样品溶液中钡的浓度（减去样品空白），单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_0 ——标准采样体积，单位为升（ L ）。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限为 $0.006 \mu\text{g/mL}$ ，定量下限为 $0.02 \mu\text{g/mL}$ ，定量测定范围为 $0.02 \mu\text{g/mL} \sim 10 \mu\text{g/mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低检出浓度为 0.002 mg/m^3 ，最低定量浓度为 0.007 mg/m^3 ；相对标准偏差为 $0.4\% \sim 1.0\%$ ，平均采样效率为 98.6% ，平均洗脱效率和消解回收率为 96% 。

4.7.2 本法可以分别测定可溶于水和不溶于水的钡化合物，但是样品处理不同。

4.7.3 现场可能共存的金属化合物不干扰测定。

5 钡及其化合物的二溴对甲基偶氮甲磺分光光度法

5.1 原理

空气中气溶胶态可溶性钡化合物用微孔滤膜采集，水洗脱后，在酸性条件下，钡与二溴对甲基偶氮甲磺反应生成蓝色络合物，用分光光度计在 630 nm 波长下测量吸光度，进行定量。

5.2 仪器

5.2.1 微孔滤膜，孔径 $0.8 \mu\text{m}$ 。

5.2.2 大采样夹，滤料直径为 37 mm 或 40 mm 。

5.2.3 小采样夹，滤料直径为 25 mm 。

5.2.4 空气采样器，流量范围 $0 \text{ L/min} \sim 2 \text{ L/min}$ 和 $0 \text{ L/min} \sim 10 \text{ L/min}$ 。

5.2.5 具塞刻度试管， 10 mL 。

5.2.6 分光光度计，具 1 cm 比色皿。

5.3 试剂

- 5.3.1 实验用水为去离子水，试剂和酸为优级纯。
- 5.3.2 磷酸， $\rho_{20}=1.68$ g/mL。
- 5.3.3 磷酸溶液，25%（体积分数）。
- 5.3.4 二溴对甲基偶氮甲磺溶液，0.5 g/L。
- 5.3.5 标准溶液：用水稀释国家认可的钡标准溶液成 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 钡标准应用液。

5.4 样品的采集、运输和保存

- 5.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 5.4.2 短时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的大采样夹，以 5.0 L/min 流量采集 15 min 空气样品。
- 5.4.3 长时间采样：在采样点，用装好微孔滤膜的小采样夹，以 1.0 L/min 流量采集 2 h~8 h 空气样品。
- 5.4.4 采样后，打开采样夹，取出微孔滤膜，接尘面朝里对折，放入具塞刻度试管中，置清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可长期保存。
- 5.4.5 样品空白：在采样点，打开装好微孔滤膜的采样夹，立即取出滤膜，放入具塞刻度试管中，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

5.5 分析步骤

- 5.5.1 样品处理：向装有微孔滤膜的具塞刻度试管中加入 10.0 mL 水，在旋涡混合器上洗脱 2 min。取 5.0 mL 样品溶液于另一具塞刻度试管中，供测定。
- 5.5.2 标准曲线的制备：取 5 支~8 支 5 mL 容量瓶，分别加入 0.0 mL~1.0 mL 钡标准应用液，各加水至刻度，配成 0.0 μg ~10.0 μg 含量范围的钡标准系列。向各标准管中加入 1 mL 磷酸溶液，2.0 mL 二溴对甲基偶氮甲磺溶液，加水至 10.0 mL，摇匀。用分光光度计在 630 nm 波长下，分别测量标准系列各含量的吸光度。以测得的吸光度对相应的钡含量（ μg ）绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应 ≥ 0.999 。
- 5.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的吸光度值由标准曲线或回归方程得 5 mL 样品溶液中钡的含量（ μg ）。若样品溶液中钡浓度超过测定范围，可用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

5.6 计算

- 5.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。
- 5.6.2 按式（2）计算空气中钡的浓度：

$$C = \frac{2M}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- C ——空气中钡的浓度，单位为毫克每立方米（ mg/m^3 ）；
- M ——测得的 5 mL 样品溶液中钡的含量（减去样品空白），单位为微克（ μg ）；
- V_0 ——标准采样体积，单位为升（L）。

- 5.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度（ C_{TWA} ）按 GBZ 159 规定计算。

5.7 说明

5.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的定量下限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，定量测定范围为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；以采集 75 L 空气样品计，最低定量浓度为 0.013 mg/m^3 ；相对标准偏差为 3.5%~3.8%，采样效率为 100%，平均洗脱效率为 96%。

5.7.2 当样品溶液中， Ba^{2+} 浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时，40 μg Ca^{2+} 和 5 μg Pb^{2+} 可干扰测定。

5.7.3 本法只适用于空气中可溶于水的钡化合物的检测。
